SNI

SNI 06-0341-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji amonium sulfat untuk industri

ICS 71.060.50

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Halaman

Cara uji
ammonium sulfat untuk industri

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara uji penentuan kadar air, pH, ke asaman bebas, kadar abu sulfat, bahan tak larut dalam air, kadar nitrogen dari ammonium, kadar besi, kadar arsen, kadar tembaga dan kadar timbal dalam ammonium sulfat untuk industri.

2 Cara uji

2.1 Penentuan kadar air

2.1.1 Prinsip

Kehilangan berat dari contoh pada pemanasan 102^{0}C.

2.1.2 Prosedur

Timbang tepat 10 gram contoh dalam botol timbang diameter 75 mm yang telah diketahui beratnya. Panaskan pada suhu 102 ± 2^{0}C selama 60 menit, kemudian dinginkan dalam eksikator dan timbang.

Panaskan lagi lebih lanjut selama 30 menit, dinginkan dalam eksikator dan timbang lagi. Ulangi lagi pemanasan dan pendinginan tersebut sampai beratnya tetap (perbedaan tidak lebih 2 mg).

2.1.3 Cara hasil perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{100 \times W_1}{W_2} \% \text{ berat}$$

W_1 adalah kehilangan berat pada pemanasan (dalam gram)

W_2 adalah berat cuplikan (dalam gram)

2.2 Penentuan pH

2.2.1 Prinsip

Pengukuran pH dari larutan 10 persen dari contoh pada suhu 20^0C menggunakan pH meter.

2.2.2 Alat dan pereaksi

2.2.2.1 Peralatan

1) pH meter
2) Labu Erlenmeyer 500 ml

2.2.2.2 Pereaksi

1) Gas nitrogen bebas ammonium dan karbon dioksida.
2) Air suling bebas ammonium dan karbon dioksida dengan pH 6,5 - 6,9 pada suhu $20,0 \pm 0,5^0$C.

2.2.3 Prosedur

Larutkan 100 gram contoh dalam 900 ml air suling dengan mengalirkan gas nitrogen pada permukaannya selama pelarutan berlangsung (bila perlu dengan dihangati).

Campur baik-baik dan pindahkan larutan tersebut secukupnya ke dalam labu Erlenmeyer sampai elektroda terendam, selama pemindahan dilakukan aliran gas nitrogen ke dalam labu. Atur suhu menjadi $20,0 \pm 0,5^0$C dan sambil tetap mengalirkan gas nitrogen di atas permukaannya, tetapkan nilai pH menggunakan pH meter yang sebelumnya telah dikalibrasi dengan larutan penyangga yang mempunyai nilai pH 4,5 dan 6,5.

2.3 Penentuan keasaman bebas

2.3.1 Prinsip

Keasaman bebas dititar dengan larutan natrium hidroksida menggunakan penunjuk Metil atau menggunakan pH meter. (Ammonium sulfat yang merupakan hasil samping dari karbonisasi arang batu ada kalanya terkotori oleh bahan organik dan bila dilarutkan dalam air menghasilkan larutan yang berwarna yang mengganggu pembacaan dan perubahan penunjuk sehingga mengurangi ketelitian analisa. Dalam hal ini lebih tepat dipergunakan pH meter).

2.3.2 Pereaksi (Indikator method)

1) Natrium hidroksida 0,1 N
2) Larutan penunjuk merah metil
   Campur 50 ml larutan 0,2 % merah metil dalam alkohol dengan 50 ml larutan 0,1 % biru metil dalam alkohol.
3) Air netral
   Netralkan air suling yang dipergunakan dengan menambahkan beberapa tetes larutan penunjuk kemudian larutan 0,1 N natrium hidroksida atau larutan 0,1 N asam sulfat menurut keperluannya sampai warna netral (abu-abu), (lihat catatan).

2.3.3 Prosedur (Indikator method)

Timbang teliti 20 g contoh dan larutkan dalam 200 ml air netral. Bila perlu disaring dan titar dengan larutan 0,1 N natrium hidroksida sampai timbul warna netral (abu-abu), (lihat catatan).

2.3.4 Perhitungan

$$\text{Keasaman bebas (dihitung sebagai } H_2SO_4) = \frac{0{,}49\ T}{W}\ \%\ \text{bobot}$$

T adalah volume larutan 0,1 N natrium hidorksida dalam ml.

W adalah berat cuplikan dalam gram

Catatan :

Bila menggunakan pH meter, maka air netral dibuat tanpa menambahkan penunjuk dan dengan penambahan $NaOH/H_2SO_4$ menurut kebutuhan sampai pH 5,4. Cara kerja dengan pH meter tanpa menambahkan penunjuk dan titar dengan larutan 0,1 NaOH sampai pH 5,4.

2.4 Penentuan kadar abu sulfat

2.4.1 Prinsip

Contoh diuapkan dan sisanya dipijarkan pada 850^0C. Tidak diperlukan penambahan asam sulfat untuk mendapatkan abu sulfat karena cukup ion sulfat selama penguapan.

2.4.2 Prosedur

Cawan platina diameter 75 mm dipijarkan pada tanur dengan suhu $(850 \pm 50)^0$C.

Dinginkan dalam eksikator dan timbang. Ulangi sampai beratnya tetap (perbedaan tidak lebih dari 1 mg)
Timbang teliti 10 gram contoh dalam cawan platina, uapkan hati-hati di atas hotplate. Setelah penguapan selesai, pijarkan pada 850 ± 50^{0}C.
Dinginkan dalam eksikator dan timbang. Ulangi sampai berat tetap (perbedaan tidak lebih dari 1 mg). Sisa pemijaran disimpan untuk pemeriksaan besi.

2.4.3 Perhitungan

$$\text{Abu sulfat} = \frac{100 \times W_1}{W_2} \text{ \% bobot}$$

W_1 adalah berat abu sulfat dalam gram
W_2 adalah berat contoh dalam gram.

2.5 Penentuan bahan tak larut dalam air

2.5.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam air kemudian disaring melalui krus porselin yang berpori atau saringan kaca masir dan kemudian dikeringkan 102^{0}C.

2.5.2 Alat dan pereaksi

2.5.2.1 Alat terdiri dari saringan dengan kehalusan pori nomor 4 (Sintered glass or porous poroselain crucible of porosity grade No. 4)

2.5.2.2 Pereaksi barium klorida larutan 10 % berat/volume, harus dari mutu pro analisa.

2.5.3 Prosedur

Timbang teliti 20 gram contoh dan larutkan kira-kira 100 ml air panas. Saringan kaca/porselin dikeringkan satu jam pada 102 ± 2°C, dinginkan dalam eksikator dan timbang.
Sairng di bawah vakum dan sisanya dicuci dengan air panas sampai air cucian bebas sulfat (diuji dengan larutan barium klorida). Keringkan satu jam pada 102 ± 2°C, dinginkan dalam eksikator dan timbang.

2.5.4 Perhitungan

$$\text{Bahan tak larut dalam air} = \frac{100 \times W_1}{W_2} \text{ \% bobot}$$

W_1 adalah berat bahan tak larut yang didapat (dalam gram)

W_2 adalah berat contoh yang diambil (dalam gram)

2.6 Penentuan kadar nitrogen dari ammonia

2.6.1 Prinsip

Ammonia disuling dari larutan yang dibasahkan dengan natrium hidroksida dan ditampung ke dalam larutan asam klorida. Kelebihan asam dititar dengan natirum hidroksida menggunakan penunjuk merah metil.

2.6.2 Alat dan pereaksi

2.6.2.1 Peralatan

1) Labu kjeldahl
2) Labu percik dilengkapi corong dengan tutup asah.
3) Pendingin Allihn.
4) Alonge
5) Gelas piala (bentuk konis) 650 ml
6) Buret

2.6.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

1) Natrium hidorksida, larutan 30 % b/v.
2) Asam klorida, larutan 1.000 N
3) Natrium merah metil (Screened methyl Red).
   Campurkan 50 ml larutan merah metil 0,2 % dalam etanol dengan 50 ml larutan biru metil 0,1 % dalam etanol.

2.6.3 Prosedur

Timbang teliti lebih kurang 6,6 gram contoh dan masukkan ke dalam labu Kjeldhl dan tambahkan 150 ml air dan beberapa butir batu didih porselin ataupun silika.

Pasang sumbat karet yang telah dilengkapi dengan corong dan labu perecik dan hubungkan ke alat pendingin. Ke dalam piala gelas (bentuk konis) dimasukkan 100 ml 1.000 N asam klorida dari buret dan tambah 4 atau 5 tetes larutan penunjuk. Taruh piala gelas ini sedemikian rupa sehingga ujung dari alonge (delivery tube) berada di bawah permukaan asam. Tuangkan kira-kira 25 ml larutan natrium hidroksida 30 % ke dalam corong. Panasi isi labu Kjeldahl pelan-pelan sampai mendidih dan setelah semua udara terdorong keluar tambahkan larutan natrium hidroksida pelan-pelan dan atur kecepatan penambahan larutan natrium hidroksida. (Penambahan yang terlampau cepat dapat menyebabkan timbulnya gelembung yang dengan cepat meninggalkan alonge yang memungkinkan hilangnya sebagian ammonia). Bila hampir seluruh larutan natrium hidroksida ditambahkan, tutup kran dan sisakan larutan dalam corong sebanyak kira-kira 2 ml. Lanjutkan penyulingan dengan menambah kecepatan pemanasan sampai akhirnya isi labu mendidih dengan cepat. Bila isi labu Kjeldahl sudah tersuling dan tersisa kira-kira 50 ml maka hentikan penyulingan, penampang ditarik sehingga alonge terletak di bibir piala gelas dan sumber panas disingkirkan. Labu perecik dilepaskan dari pendingin dan pendingin dibilasi dengan air. Bagian luar dari alonge juga perlu dibilasi. Setelah semua cucian dituangkan ke dalam penerima, maka kelebihan asam dititar dengan larutan natrium hidroksida 0,1 N menggunakan mikroburet sampai warna netral (abau-abu).

2.6.4 Perhitungan

$$\text{Nitrogen dari ammonia (dihitung sebagai N)} = \frac{1{,}401 \times (T_1 - 0{,}1\ T_2)}{W}\ \%\ \text{bobot}$$

T_1 adalah volume HCl 1,000 N dalam mililiter.

T_2 adalah volume NaOH 0,1 N dalam mililiter.

W adalah berat contoh dalam gram.

2.7 Penentuan kadar besi

2.7.1 Prinsip

Besi yang ada direduksi menjadi ferro dan ditetapkan spektrometris atau secara visual menggunakan pereaksi 2,2 bipyridyl. Cara ini dapat dipergunakan untuk kandungan besi 10 sampai 100 μ g.

2.7.2 Alat dan pereaksi

2.7.2.1 Peralatan

1) Photoelectric absorptiometer atau Spectrophotometer dengan sel 4 cm sebagai gantinya dapat juga dipergunakan tabung Neesler.
2) Labu ukur 100 ml sebanyak 12 buah.
3) Labu ukur 250 ml.

2.7.2.2 Pereaksi

Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

1) Kalium hidorsulfat
2) Asam klorida pekat B.J. = 1,18.
3) Asam klorida, larutan normal.
4) Hidroksi ammonium klorida, larutan 10 % (b/v).
5) Ammonium asetat, larutan 20 % (b/v).
6) 2,2-bpyridyl, larutan 0,1 % (b/v).

   Larutan 0,1 pereaksi dalam 50 ml air yang berisi 2 ml N asam klorida dan encerkan menjadi 100 ml.
7) Larutan besi standar

   Larutkan 7,022 g ammonium ferro sulfat dalam campuran 600 ml air dan 350 ml asam sulfat pekat (B.J. 1,84).

   Encerkan dengan air menjadi 1000 ml dan selanjutnya ambil 10 ml dengan pipet dan encerkan menjadi 1000 ml dengan air, 1 ml larutan encer ini mengandung 10 g besi.

2.7.3 Prosedur

2.7.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam sebelas labu ukur 100 ml, yang masing-masing berisi 50 ml air dan 2 ml N asam klorida, ditambahkan sejumlah larutan besi standar yang masing-masing berisi 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 dan 100 µg dan masing-masing larutan diperlakukan sebagai berikut :

Tambah 2 ml larutan hidrosiammonium klorida dan diamkan satu menit, kemudian tambah 10 ml larutan ammonium asetat dan 3 ml larutan 2,2 bipyridyl. Masing-masing diencerkan menjadi 100 ml dan kocok baik-baik.

Standar ini dipergunakan langsung sebagai pembanding secara visuil. Jika dipergunakan peralatan, ukur kerapatan optis dari setiap larutan pada panjang gelombang 515 nm dan persiapkan suatu grafik kalibrasi.

2.7.3.2 Penentuan

Ke dalam sisa penetapan abu sulfat tambahkan 1 g kalium hidrosulfat. Panaskan cawan sampai isinya meleleh sempurna, dan biarkan meleleh selama 10 menit dan kemudian biarkan dingin. Tambah sedikit air dan 2 ml asam klorida pekat, panaskan hati-hati sampai semuanya melarut, pindahkan kelabu ukur 250 ml (bila perlu disaring) dan encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 10 ml larutan ini dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambah 2 ml larutan hidroksiammonium klorida dan biarkan selama satu menit.

Tambah 10 ml larutan ammonium asetat, campur dan tambah 3 ml larutan 2,2 bipyridyl. Encerkan dengan air menjadi 100 ml dan campur baik-baik. Pada saat yang sama kerjakan uji blanko terhadap pereaksi yang dipergunakan.

Ukur kerepatan optis dari larutan pada panjang gelombang 515 nm dan baca jumlah besi yang ada pada grafik kalibrasi. Dapat juga dilakukan dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan standar warna yang telah disiapkan dalam tabung Nessler dan dengan mencatat kadar besi standar yang paling sebanding dengan larutan uji.

2.7.4 Perhitungan

$$\text{Kadar besi (dihitung sebagai Fe)} = \frac{25 \times W_1}{W_2} \text{ part per million (bobot)}$$

W_1 adalah berat besi yang didapat (dalam mikrogram).

W_2 adalah berat contoh yang diambil untuk penetapan abu sulfat (dalam gram).

2.8 Penentuan kadar arsen

2.8.1 Prinsip

Arsenat yang ada direduksi menjadi arsin yang bila bersinggungan dengan kertas merkuri bromida, memberikan warna kuning sampai jingga atau coklat.

Warna tersebut dibandingkan dengan sederetan warna yang disiapkan dari larutan yang mengandung sejumlah arsenat yang diketahui kadarnya. Metoda ini dapat dipergunakan untuk larutan yang berisi 1 sampai 10 µg arsenat.

2.8.2 Alat dan pereaksi

2.8.2.1 Peralatan

1) Labu Erlenmeyer 250 ml dan borosilikat disambungkan (sambung asah) seri dengan 2.1.2 dan 2.1.3.
2) Tabung untuk menyerap hidrogen sulfida yang terdiri dari tabung dengan diameter dalam 12 mm dan tinggi 70 mm di atas sebuah bola dengan diameter 20 mm. Di dasar bola diletakkan lapisan tipis wool kaca kering dicampur sampai sepertiganya dengan butiran-butiran kapas timbal asetat, kemudian lapisan tipis wool kaca terakhir kertas timbal asetat yang lembab.
3) Tabung kaca dengan diameter dalam 3 mm dan panjang 120 mm dengan sedikit pengecilan pada ujung bawahnya. Dalam tabung ini ditempatkan kertas merkuri bromida.
4) Labu ukur 500 ml
5) Buret 10 ml.

2.8.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus mutu pro analisa.

1) Butiran kapas timbal asetat

   Butiran kapas penyerap berdiameter 5 - 6 mm di rendam dalam larutan netral 5 %. Timbal asetat dituskan dan sedikit ditekan.
2) Kertas timbal asetat

   Sepotong kertas saring ukuran 8 mm x 50 mm di celupkan ke dalam larutan netral 1 % (b/v) timbal asetat, dietuskan dan tekan sedikit diantara 2 atau 3 lembar kertas saring.
3) Larutan natrium klorida asam

   Campurkan satu volume asam sulfat pekat (BJ = 1,84) dengan volume air, kemudian larutkan 100 gram natrium klorida dalam 1000 ml asam sulfat encer yang diperoleh.
4) Larutan ferri ammoinum sulfat

   Larutkan 84 gram ferro sulfat $(NH_4)_2SO_4Fe_2(SO_4)3.\ 24H_2O$ ke dalam air, tambah 10 ml larutan natrium klorida asam dan encerkan dengan air menjadi 1000 ml.

5) Larutan stanno klorida
   Larutkan 22,6 stanno klorida Su, Cl_2, $2H_2O$ dalam 56 ml, larutan natrium klorida asam dan encerkan menjadi 1000 ml dengan air. Simpan larutan ini dalam botol gelas berwarna ember dengan kedalamnya dimasukkan beberapa potongan timah putih murni.
6) Seng bentuk butiran dengan diameter 4 - 5.
   Seng yang ditimbang untuk percobaan harus dicuci pada saat pemakaian dengan larutan natrium klorida asam dan kemudian dengan air.
7) Kertas merkuri bromida
   Selembar kertas saring halus dengan berat 8 - 12 mg/cm^2 direndam selama satu jam dalam larutan 5 % merkuri bromida dalam alkohol.
   Kemudian dituskan dan ditekan, akhirnya dikeringkan dalam eksikator menggunakan kalsium klorida tak berair. Dari lembaran yang sudah kering dibuat potongan dengan ukuran tepat 2,5 x 120 mm dan disimpan dalam botol tutup asah di tempat gelap. Bila mengambil kertas harus selalu pakai pinset dan jaga jangan sampai kertas tersebut kena lemak.
8) Larutan arsen standar
   Larutkan 0,132 gram As_2O_3 dalam 20 ml larutan 35 % (b/v) natrium hidroksida. Encerkan dengan 100 ml air dan kemudian pelan-pelan ditambahkan 10 ml asam sulfat pekat (BJ = 1,84) dan encerkan dengan air menjadi 100 ml. Selanjutnya pipet 10 ml dari larutan ini dan encerkan menjadi 1000 ml. 1 ml larutan encer ini mengandung 1 µg As.

2.8.3 Prosedur

2.8.3.1 Penyiapan deret warna standar

Ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml ditambahkan 1 ml larutan arsen standar dari mikroburet, kemudian tambahkan juga 50 ml air dan 30 ml larutan natirum klorida asam, 10 ml larutan ferri ammonium sulfat dan 20 ml larutan stanno klorida.

Panasi sampai mendidih, dinginkan dengan segera menjadi 20°C dengan menempatkan dalam air dingin, kemudian ke dalam labu dimasukkan 10 gram butiran seng dan secepatnya disambungkan dengan tabung penyerap b dan c. Labu direndam dalam air 20 - 25°C, diamkan bereaksi selama satu jam, dan kertas diambil dan disimpan dalam botol yang disegel dan diruang gelap. Dengan cara ini warna yang diperoleh dapat disimpan sampai beberapa bulan. Warna standar sesuai dengan 1 µg arsen.

Ulangi pekerjaan di atas dengan penambahan larutan arsen standar masing-masing dengan 2,4,6,8 dan 10 ml untuk memperoleh standar warna sesuai dengan 2,4,6,8 dan 10 μg arsen.

2.8.3.2 Penentuan

Timbang teliti 2 gram contoh dan masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml (a) bilasi dengan 10 ml air. Tambahkan 30 ml larutan natrium klorida sama 10 ml larutan Ferri ammonium sulfat dan 20 ml larutan stanno klorida. Panasi sampai mendidih segera dinginkan 20°C dengan merendamnya dalam air dingin. Kemudian masukkan ke dalam labu tersebut 10 gram butiran seng dan cepat hubungkan dengan tabung penyerap b dan c. Rendam labu tersebut dalam air pada suhu 20 - 25°C, dan biarkan bereaksi selama satu jam dan kemudian kertas diambil dan dibandingkan warnanya dengan deretan warna standar yang telah dipersiapkan lebih dulu dengan pereaksi yang sama. Jika warna berada di luar deretan warna standar, maka jumlah arsen tidak dapat diperkirakan oleh karena itu penetapan dilakukan kembali menggunakan jumlah contoh yang sesuai (lebih banyak)/lebih sedikit.

2.8.4 Perhitungan

$$\text{Kadar arsen (dihitung sebagai As)} = \frac{W_1}{W_2} \text{ ppm (bobot)}$$

W_1 adalah berat arsen dalam mikrogram dari warna standar yang sesuai dengan warna hasil uji

W_2 adalah berat dalam gram dari cuplikan.

2.9 Penentuan kadar tembaga

2.9.1 Prinsip

Tembaga yang ada di larutan dalam asam klorida pekat, direduksi dengan asam askorbat dan dengan penambahan 2,2 biquinolyl akan terbentuk senyawa kompleks yang berwarna ungu. Senyawa kompleks ini diekstrak dengan amyl alkohol dan diukur secara visual ataupun spektrofotometris. Metoda ini bisa dipergunakan untuk 10 sampai 100 μg Cu.

2.9.2 Alat dan pereaksi

2.9.2.1 Peralatan

1) Photoelectric absorptiometer atau spectrophotometer dengan sel 4 cm. Sebagai gantinya dapat juga dipergunakan tabung Nessler.
2) Labu ukur 50 ml sebanyak 7 buah.

2.9.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

1) Natrium sulfat, tak berair
2) Asam klorida pekat BJ = 1,18
3) Amil alkohol
4) Asa, tartrat, larutan 50 % (b/v) dalam air.
5) Natrium hidroksida, larutan 20 % (b/v) dalam air.
6) Asam askorbat, larutan 10 % (b/v) dalam air, disiapkan baru.
7) 2,2 - biquinolyl, larutan 0,05 % dalam amil alkohol
8) Larutan tembaga standar

   Larutan 0,3928 g tembaga sulfat pentahidrat dalam air dan 25 ml 6 N asam sulfat, encerkan menjadi 1000 ml. Selanjutnya pipet 10 ml larutkan dan encerkan menjadi 100 ml. 1 ml larutan ini berisi 10 μg Cu.
9) Kertas indikator untuk pH 5,5 - 7

2.9.3 Prosedur

2.9.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam enam buah piala gelas 100 ml, masukkan sejumlah larutan standar tembaga yang masing-masing berisi : 0,20,40,60,80 dan 100 g tembaga dan masing-masing diperlukan sebagai berikut :

Masing-masing diencerkan dengan air sampai kira-kira 30 ml dan pindahkan ke dalam corong pemisah 500 ml yang ada tutupnya.

Encerkan dengan air menjadi kira-kira 400 ml dan tambah 2 ml larutan asam tartrat. Atur pH larutan menjadi kira-kira 6.0 dengan penambahan larutan natrium hidroksida menggunakan kertas indikator. Tambah 2 ml larutan asam askorbat goyangkan agar tercampur merata dan diamkan selama 5 menit. Tambah 10 ml larutan 2,2 biquinolyl dan kocok baik-baik selama 2 menit. Senyawa kompleks tembaga tersebut kemudian diekstrak dengan 20 ml amylalkohol dan ekstrak dipindahkan ke piala gelas 100 ml. Tambahkan 2 g natrium sulfat tak berair untuk menarik air yang ada.

Saringkan ke dalam labu ukur 50 ml.

Kristal natrium sulfat dicuci dua kali masing-masing dengan 2 ml amyl alkohol, cucian dipindahkan ke dalam labu dan encerkan dengan amyl alkohol sampai tanda. Standar ini digunakan langsung untuk pembandingan secara visual. Jika dipergunakan peralatan, ukurlah kerapatan optis dari setiap larutan pada panjang gelombang 545 nm dan buatlah grafik kalibrasi.

2.9.3.2 Penentuan

Timbang dengan teliti 10 gram contoh dan masukkan ke dalam gelas piala 400 ml dan tambah 25 ml asam klorida pekat. Uapkan sampai kering dan larutkan dalam 100 ml air. Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah 500 ml. Encerkan menjadi 400 ml dengan air tambah 2 ml larutan asam tartrat dan atur pH menjadi 6.0 dengan penambahan larutan natirum hidroksida menggunakan kertas pH sebagai penunjuk.

Tambahkan 2 ml asam askorbat kocok agar tercampur sebaik-baiknya dan biarkan 5 menit.

Tambah 10 ml larutan 2,2 biquinolyl dan goncangkan selama dua menit. Senyawa tembaga kompleks diekstrak dua kali dengan masing-masing 20 ml amyl alkohol dan ekstrak dipindahkan ke dalam piala gelas 100 ml. Tambahkan 2 gram natrium sulfat tak berair dan aduk baik-baik untuk menyerap sisa air.

Saringkan ke dalam labu ukur 50 ml dan kristal natrium sulfat dicuci dua kali dengan masing-masing 20 ml amyl alkohol, pindahkan cucian ke dalam labu ukur dan encerkan larutan dengan amyl alkohol sampai tanda. Pada saat bersamaan dilakukan uji blanko untuk pereaksi yang dipakai. Ukur kerapatan optis pada panjang gelombang 545 nm dan baca jumlah Cu pada grafik kalibrasi, bisa juga digunakan tabung Nessler untuk perbandingan warna secara visual.

2.9.4 Perhitungan

$$\text{Kadar tembaga (dihitung sebagai Cu)} = \frac{W_1}{W_2} \text{ part per million (bobot)}$$

W_1 adalah berat Cu yang didapat (dalam mikro gram)

W_2 adalah berat cuplikan (dalam gram)

2.10 Penentuan kadar timbal

2.10.1 Prinsip

Timbal yang ada diekstrak dengan larutan dithizone dan ditetapkan spektrophotometris. Metoda ini dapat juga dipergunakan untuk larutan yang mengandung 10 sampai 10 μg Pr.

2.10.2 Alat dan pereaksi

2.10.2.1 Alat gelas yang dipergunakan harus bebas dari timbal.

Botol pereaksi untuk larutan dalam air harus dari kaca birosilikat atau polythene.

1) Photoelectric absorptiometer atau spektrophotometer dengan sel 4 cm.
2) Labu ukur 50 ml sebanyak 12 buah.

2.10.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa khusus untuk pemeriksaan timbal dan semua larutan dipersiapkan baru.

1) Kloroform yang telah disuling kembali.
2) Asam klorida pekat B.J. = 1,18
3) Ammonium sitrat, larutan 10 % b/v
4) Kalium sianida, larutan 5 % b/v
5) Hidroksi ammonium klorida, larutan 10 % b/v
6) Ammonia, larutan 5 N.

   Catatan :

   Larutan ini harus selalu disiapkan baru karena ammonia encer lebih mudah melarutkan timbal dari kaca dibandingkan dengan larutan ammonia pekat.
7) Larutan dithizone

   1 gram pereaksi dilarutkan dalam 75 kloroform dan saringkan ke dalam corong pemisah 25 ml.

   Kocok empat dengan masing-masing 100 ml larutan ammonia 0,2 N. Lapisan kloroform disingkirkan. Ekstrak yang berwarna sindur dikumpulkan, disaring dan dimasukkan ke dalam piala gelas satu liter dan dithizone diendapkan dengan sedikit mengasamkan dengan air belerang dioksida (SO_2).

   Setelah beberapa saat hasilnya disaring dengan cawan kacar masir (a sintered glass crucible) dan cuci sampai bebas asam menggunakan air.

   Endapan yang sudah dituskan baik-baik (the well drained precipitate) dikeringkan di ruang hampa dilengkapi asam sulfat pekat (BJ = 1,84) selama 3 sampai 4 hari di ruang gelap.

Padatan yang kering tesebut segera dihancurkan secepatnya dan segera masukkan ke sebuah botol kecil berwarna amber. Padatan murni ini mantap paling tidak selama enam bulan bila disimpan di tempat gelap. Siapkan larutan 0,0025 % (b/v) dithizone dalam klorida redistilasi dan masukkan ke dalam botol berwarna amber yang bertutup rapat dan kering.

8) Larutan ekstraksi
   20 ml larutan 5 % (b/v) kalium sianida dan 10 ml larutan ammonia (BJ = 0,88) dalam 1000 ml air.
9) Larutan standar timbal
   1,6 gram timbal nitrat dilarutkan dalam air, tambah 1 ml asam nitrat pekat (B.J. 1,42) dan encerkan menjadi 1000 ml. Bila diperlukan ambil 10,0 ml larutan ini, tambah 1 ml asam nitrat pekat (B.J. 1,42) dan encerkan menjadi 1000 ml.
   1 ml larutan encer ini mengandung 10 μg Pb.
10) Kertas penunjuk pH 8,5 - 10,0

2.10.3 Prosedur

Dithizone sangat peka terhadap sinar ultra violet dan harus dilindungi terhadap sinar matahari langsung atau terhadap cahaya fluorisen dalam laboratorium.

2.10.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam sebelas corong pemisah 100 ml yang tertutup asah yang masing-masing berisi 10 ml air, dimasukkan sejumlah larutan standar Pb yang masing-masing 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 dan 100 g Pb dan masing-masing sebagai berikut :

Tambah 1 ml larutan hidroksi ammonium klorida dan 10 ml larutan ammonium sitrit dan atur pH larutan menjadi 8,5 - 10,0 dengan penambahan larutan ammonia 5 N, dan gunakan kertas penunjuk pH.

Tambah 2 ml larutan kalium sianida dan ekstrak dengan 5 ml larutan dithizone sampai warna hijau tak berubah. Gabungkan semua ekstrak dan kelebihan dithizone dihilangkan dengan mengekstraknya dengan jumlah larutan ekstrak seminimum mungkin, masing-masing 5 ml sampai warna larutan kloroforn menjadi merah jambu terang.

Larutan kloroform disaring melalui kertas saring yang telah dicuci dengan asam dan dikeringkan (a dry acid washed filter paper) masukkan ke dalam labu ukur 50 ml dan encerkan sampai tanda dengan kloroform. Kerapatan optis dari masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang 520 nm dan siapkan grafik kalibrasi.

2.10.3.2 Penentuan

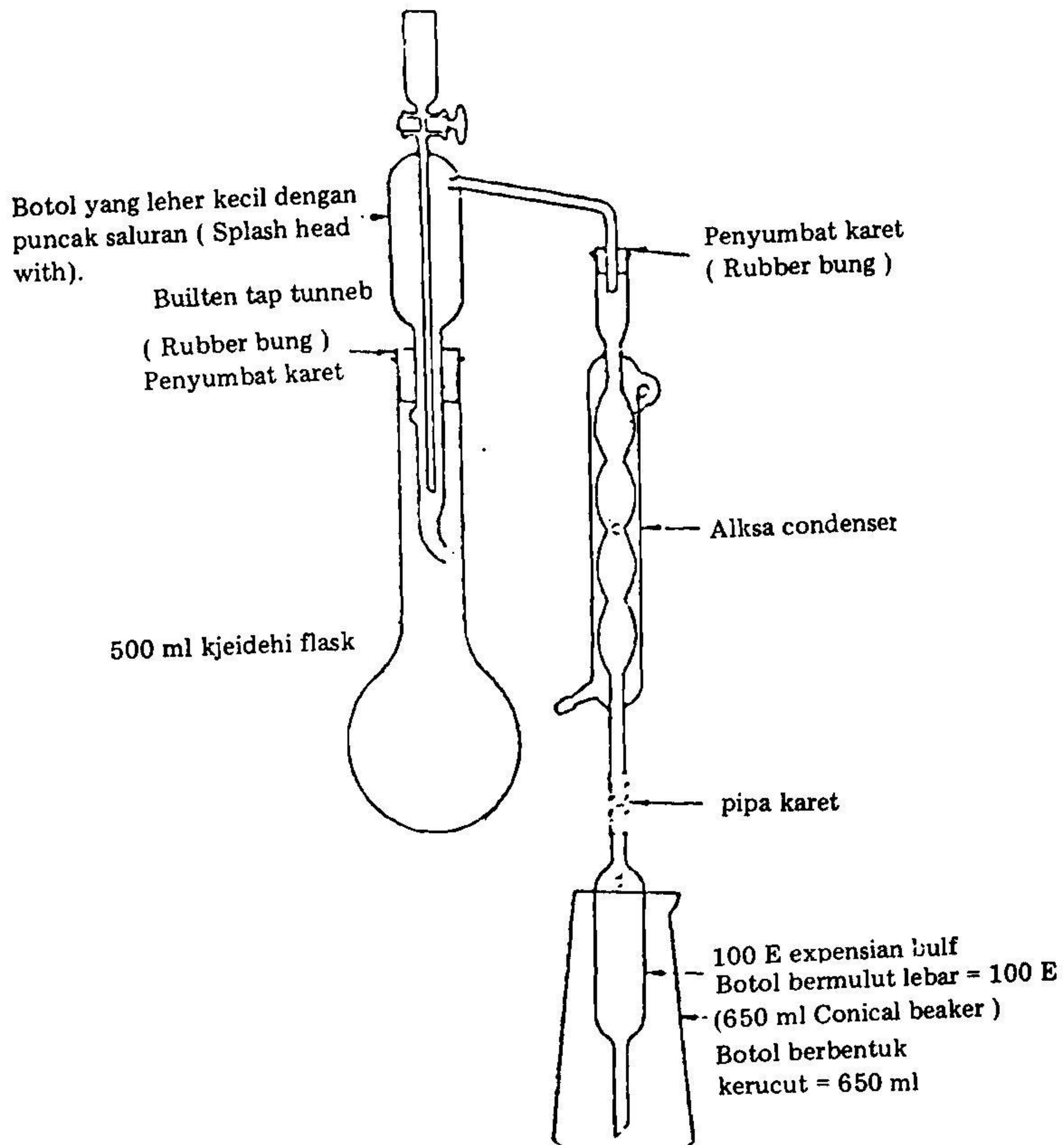
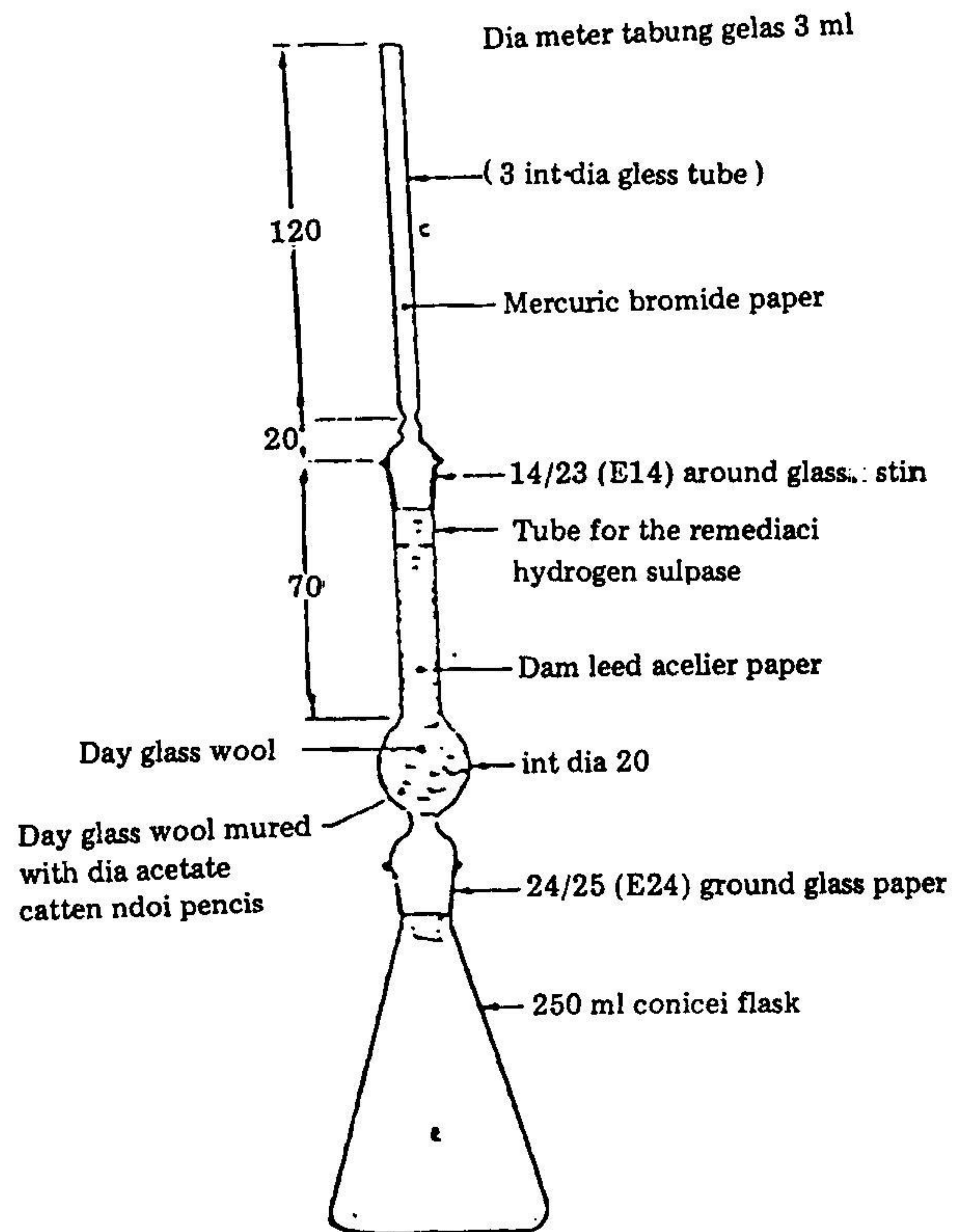
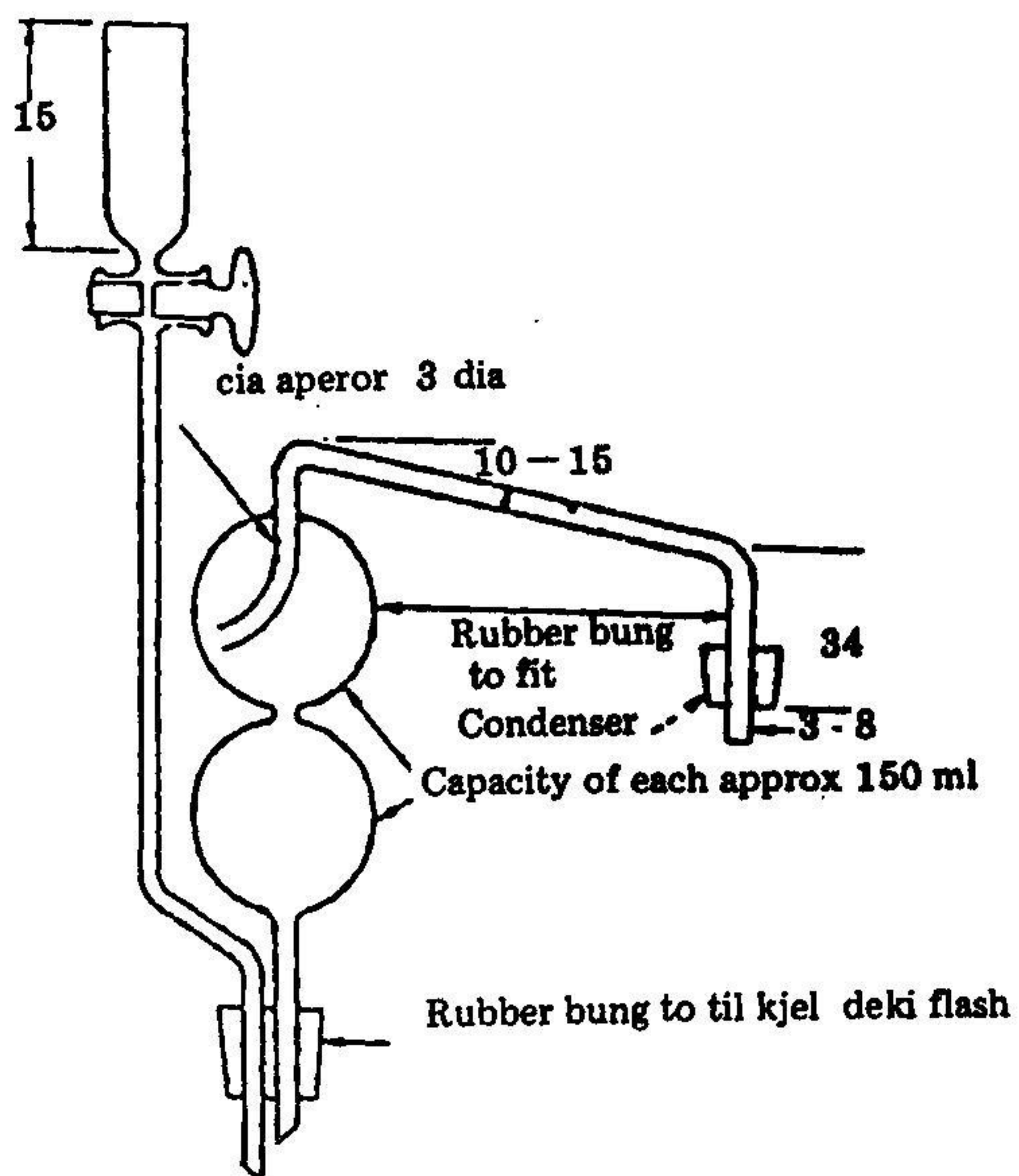
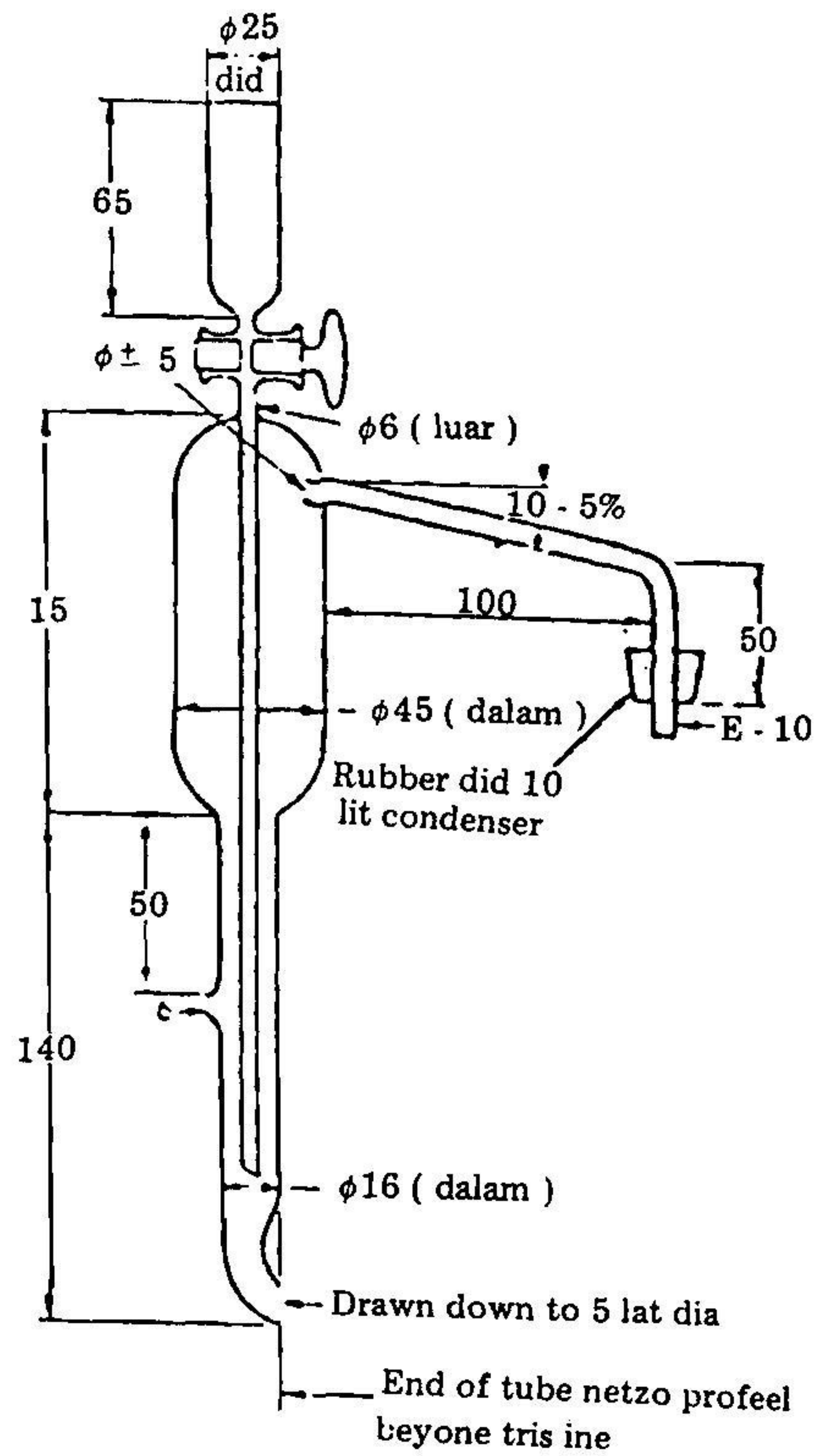
Timbang teliti 50 contoh masukkan ke dalam piala gelas 400 ml dan tambah 25 ml asam klorida pekat. Uapkan sampai hampir kering dan larutkan dalam 200 ml air. Pindahkan ke dalam corong pemisah 500 ml yang tertutup asah. Tambah 1 ml larutan hidroksida ammonium klorida dan 10 ml larutan ammonium sitrat dan atur pH larutan menjadi 8,5 - 10,0 dengan penambahan larutan ammonia 5 N dan gunakan kertas penunjuk pH.

Tambah 2 ml larutan kalium sianida dan ekstrak dengan 5 ml larutan dithizone sampai warna hijau tak berubah. Gabungkan ekstrak, dan kelebihan dithizone dihilangkan dengan mengekstraknya dengan larutan pengekstrak dengan jumlah yang seminimum mungkin masing-masing 5 ml sampai warna dari kloroform menjadi merah jambu terang. Larutan kloroform disaring melalui kertas saring (yang telah dicuci dengan asam dan telah dikeringkan) dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml dan encerkan dengan kloroform sampai tanda. Pada saat yang bersamaan buatlah uji blanko terhadap pereaksinya saja. Ukur kerapatan optis dari larutan pada panjang gelombang 520 nm dan baca jumlah Pb pada grafik kalibrasi.

2.10.4 Perhitungan

$$\text{Kadar timbal (dihitung sebagai Pb)} = \frac{W_1}{W_2} \text{ parts per million bobot}$$

W_1 adalah berat timbal yang didapat (dalam mikrogram)

W_2 adalah berat cuplikan (dalam gram)

Gambar 1
Peralatan distilasi untuk nitrogen dan ammonia

Gambar 2
Peralatan yang digunakan dalam menentukan kadar arsen

Gambar 3
Tap famel and dachle - with .....

Gambar 4

Splash bead for apperatus for the distikasi of arremm tas dinnesson in animer